

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Спектрометры рентгенофлуоресцентные волнодисперсионные ZSX Primus, ZSX Primus II, ZSX Primus IV

Назначение средства измерений

Спектрометры рентгенофлуоресцентные волнодисперсионные ZSX Primus, ZSX Primus II, ZSX Primus IV (далее – спектрометры) предназначены для измерений массовой доли элементов от бериллия до урана в различных веществах и материалах: металлах, сплавах, порошках, стружках, геологических породах, жидкостях в соответствии с методиками измерений, аттестованными или стандартизованными в установленном порядке.

Описание средства измерений

Принцип действия спектрометров основан на регистрации интенсивности вторичного рентгеновского излучения образца, возбуждаемого излучением рентгеновской трубки.

Рентгеновское излучение, испускаемое рентгеновской трубкой, возбуждает атомы элементов в образце (пробе) и вызывает рентгеновскую флуоресценцию элементов (характеристическое рентгеновское излучение), которое попадает на кристалл-анализатор (монокристалл, срезанный по определенной кристаллографической плоскости или многослойные структуры). В результате дифракции на кристалл-анализаторе характеристическое рентгеновское излучение в соответствии с уравнением Вульфа-Брегга разлагается в спектр и регистрируется системой детектирования многоканального волнодисперсионного спектрометра последовательного типа. По положению и интенсивности линий в спектре проводится определение массовой доли элементов.

Конструктивно спектрометр выполнен в виде стационарного напольного прибора, включающего следующие основные составляющие: спектрометрический блок с источником рентгеновского излучения и источником высокого напряжения (генератором); аналитическая камера с автоматическим или ручным устройством загрузки исследуемых образцов с 10-ти позиционным сменщиком кристаллов-анализаторов на легкие и тяжелые элементы; блок управления и обработки данных с системой детектирования и регистрации спектров; блок температурной стабилизации аналитической камеры; система вакуумирования. Управление процессом измерения и контроль состояния спектрометра осуществляется посредством отдельно устанавливаемого управляющего внешнего компьютера со специализированным программным обеспечением (ПО) и принтера.

В качестве источника рентгеновского излучения в спектрометре используется рентгеновская трубка с родиевым анодом с максимальной мощностью 4 кВт (опция 3 кВт) с бериллиевым окном толщиной 30 мкм. Рентгеновская флуоресценция элементов, дифрагированная кристаллами-анализаторами, двумя детекторами: проточным пропорциональным и (или) сцинтилляционными. Выбор кристалла-анализатора зависит от измеряемых элементов от бериллия до урана (стандартно устанавливаются кристаллы – LiF200 на тяжелые элементы и Ge, PET и RX25 на легкие элементы и дополнительно, по заказу – LiF220, RX4, RX9, RX35, RX40, RX45, RX61F, RX61, RX75, RX85, LiF420).

Спектрометр оснащен вакуумной системой и дополнительно может оснащаться системой гелиевой (азотной) продувки аналитической камеры с возможностью настройки скорости потока газа. Блок температурной стабилизации аналитической камеры спектрометра поддерживает температуру 36,5 °С.

Конструкция спектрометров обеспечивает безопасные условия работы. При максимальных напряжении и токе рентгеновской трубки мощность эквивалентной дозы рассеянного рентгеновского излучения на расстоянии 10 см от внешней поверхности корпуса работающего спектрометра не превышает 1 мкЗв/ч.

Спектрометры выпускаются в трех модификациях ZSX Primus, ZSX Primus II, ZSX Primus IV, выполнены в однотипном корпусном исполнении с различными конструктивными особенностями и имеют одинаковые метрологические характеристики.

В модификации спектрометра ZSX Primus реализована классическая схема с нижним расположением волнового спектрометра, когда рентгеновская трубка, блок кристаллов-анализаторов и блок детекторов расположены под поверхностью исследуемого образца. Данная конфигурация предпочтительна для определения концентрации примесных элементов в жидкостях.

В модификациях спектрометра ZSX Primus II, ZSX Primus IV рентгеновская трубка, блок кристаллов-анализаторов и блок детекторов располагаются над поверхностью исследуемого образца, что устраняет проблему с их загрязнением материалом порошковых проб.

Общий вид спектрометров ZSX Primus, ZSX Primus II, ZSX Primus IV представлен на рисунках 1 – 3.

Пломбирование спектрометров ZSX Primus, ZSX Primus II, ZSX Primus IV не предусмотрено.



Рисунок 1 – Общий вид спектрометра ZSX Primus с управляющим компьютером



Рисунок 2 – Общий вид спектрометра ZSX Primus II с управляющим компьютером



Рисунок 3 – Общий вид спектрометра ZSX Primus IV без управляющего компьютера

Программное обеспечение

Идентификационные данные программного обеспечения (ПО) спектрометров приведены в таблице 1.

Уровень защиты ПО спектрометров «высокий» в соответствии с Р 50.2.077-2014.

Влияние ПО учтено изготовителем при нормировании метрологических характеристик спектрометров. Конструкция спектрометров ZSX Primus, ZSX Primus II, ZSX Primus IV исключает возможность несанкционированного влияния на ПО средства измерения и измерительную информацию.

Таблица 1 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение для модификации спектрометра		
	ZSX Primus	ZSX Primus II	ZSX Primus IV
Идентификационное наименование ПО	ZSX		ZSX Guidance
Идентификационное наименование исполняемого файла	ZMonitor		ZMonitor
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 7.71		не ниже 8.37
Цифровой идентификатор ПО	-		-

Метрологические и технические характеристики

Таблица 2 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение характеристики		
	ZSX Primus	ZSX Primus II	ZSX Primus IV
Диапазон определяемых элементов	от Be (4) до U (92)		
Чувствительность ¹⁾ , (имп/с)/%, не менее: - Si (K α) - Cu (K α) - W (L α)	915 770 35		
Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала ¹⁾ , %: - Si (K α), Cu (K α), W (L α) - Ni (K α), Cr (K α)	1,5 0,5		
Скорость счета при измерении стандартных образцов, имп/с, не менее, для элементов и их аналитических линий: - Na (K α) - Si (K α) - Co (K α) - Ti (K α) - Pb (L β_1)	11000 200000 30000 3000 39000		
Контрастность (отношение скорости счета при измерении стандартного образца, содержащего указанный элемент, к скорости счета при измерении фонового образца), отн. ед., не менее, для элементов и их аналитических линий: - Na (K α) - Ti (K α) - Pb (L β_1)	2700 70 20		

¹⁾ При использовании стандартного образца стали легированной ГСО 4506-92П/4510-92П (индекс СО ЛГ34) и измерении скорости счета импульсов элементов в условиях: источник – рентгеновская трубка с Rh-анодом, напряжение 50 кВ, ток 60 мА; кристалл-анализаторы – LiF (200) и PET; детекторы – сцинтилляционный и проточно-пропорциональный.

Таблица 3 – Основные технические характеристики

Наименование характеристики	Значение характеристики		
	ZSX Primus	ZSX Primus II	ZSX Primus IV
Время измерения, с	от 10 до 1000		
Максимальный размер пробы, мм:			
- диаметр	51		52
- высота	30		30
Масса, кг, не более	800		
Габаритные размеры (Длина×Ширина×Высота), мм, не более	880×850×1440	1310×885×1475	1310×890×1465
Параметры электрического питания:			
- напряжение сетевого питания, В	200±22 (3 фазы)		
- частота питающей сети, Гц	60/50		
Средний срок службы, лет, не менее	10		
Условия эксплуатации:			
- температура окружающего воздуха, °С	от +15 до +30		
- относительная влажность воздуха, %, не более	75		

Знак утверждения типа

наносится на титульный лист «Руководства по эксплуатации» в виде наклейки.

Комплектность средства измерений

Таблица 4 – Комплектность средства измерений

Наименование	Обозначение	Количество
Спектрометр рентгенофлуоресцентный волнодисперсионный ¹⁾	ZSX Primus/ZSX Primus II/ ZSX Primus IV	1 шт.
Руководство по эксплуатации, включающее Руководство пользователя ПО	-	1 шт.
Методика поверки	МП 233-223-2017	1 экз.
¹⁾ Модификация согласно заказу		

Поверка

осуществляется по документу МП 233-223-2017 «ГСИ. Спектрометры рентгенофлуоресцентные волнодисперсионные ZSX Primus, ZSX Primus II, ZSX Primus IV. Методика поверки», утвержденному ФГУП «УНИИМ» 23 июля 2018 г.

Основные средства поверки:

- стандартный образец (СО) массовой доли натрия и хлора в твердой матрице (NaCl-ТМ СО УНИИМ) – ГСО 10934-2017, массовая доля натрия 39,3 %, границы относительной погрешности ±0,1 %;
- СО массовой доли титана в твердой основе (КО-100) – ГСО 10020-2011, массовая доля титана 1,0 %, границы относительной погрешности ±5 %;
- СО массовой доли свинца в твердой матрице (Pb-ТМ СО УНИИМ) – ГСО 10991-2017, массовая доля свинца 1,03 %, границы относительной погрешности ±3 %;
- СО массовой доли борной кислоты в твердой основе (КО-163) – ГСО 10022-2011, массовая доля борной кислоты 99,83 %, границы относительной погрешности ±0,10 %;
- СО состава сталей легированных – ГСО 4506-92П/4510-92П (комплект СО ЛГ32-ЛГ36), образец с индексом ЛГ 34 (рекомендуемые элементы: Si, Cu, Ni, Cr, W), абсолютная погрешность аттестованных значений массовых долей элементов от 0,004 % до 0,06 %.

Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение поверяемого средства измерений с требуемой точностью.

Знак поверки наносится на свидетельство о поверке в виде клейма.

Сведения о методиках (методах) измерений

ГОСТ 33850-2016 Почвы. Определение химического состава методом рентгенофлуоресцентной спектроскопии

ГОСТ Р 55879-2013 Топливо твердое минеральное. Определение химического состава золы методом рентгенофлуоресцентной спектроскопии

ГОСТ Р 55410-2013 Огнеупоры. Химический анализ рентгенофлуоресцентным методом

ГОСТ Р 55080-2012 Чугун. Метод рентгенофлуоресцентного анализа

ГОСТ ISO 20884-2012 Топлива автомобильные. Метод определения содержания серы рентгенофлуоресцентной спектроскопией с дисперсией по длине волны

ГОСТ Р ЕН ИСО 14596-2008 Нефтепродукты. Определение содержания серы методом рентгенофлуоресцентной спектроскопии с дисперсией по длине волны

ГОСТ Р 52660-2006 Топлива автомобильные. Метод определения содержания серы рентгенофлуоресцентной спектроскопией с дисперсией по длине волны

ГОСТ 30608-98 Бронзы оловянные. Метод рентгенофлуоресцентного анализа

ГОСТ 30609-98 Латунни литейные. Метод рентгенофлуоресцентного анализа

ГОСТ 28817-90 Сплавы твердые спеченные. Рентгенофлуоресцентный метод определения металлов

ГОСТ 20068.4-88 Бронзы безоловянные. Метод рентгеноспектрального флуоресцентного определения алюминия

ГОСТ 25278.15-87 Сплавы и лигатуры редких металлов. Рентгенофлуоресцентный метод определения циркония, молибдена, вольфрама и тантала в сплавах на основе ниобия

Нормативные и технические документы, устанавливающие требования к спектрометрам рентгенофлуоресцентным волнодисперсионным ZSX Primus, ZSX Primus II, ZSX Primus IV

Техническая документация изготовителя «Rigaku Corporation», Япония

Изготовитель

«Rigaku Corporation», Япония

Адрес: 4-14-4 Sendagaya, Shibuya-ku, Tokyo 151-0051, Japan

Телефон: +81.3.3479.0618, факс: +81.3.3479.6112

Испытательный центр

Федеральное государственное унитарное предприятие «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

Адрес: 620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, д. 4

Телефон: +7 (343) 350-26-18, факс: +7 (343) 350-20-39

E-mail: uniim@uniim.ru

Аттестат аккредитации ФГУП «УНИИМ» по проведению испытаний средств измерений в целях утверждения типа № RA.RU.311373 от 10.11.2015 г.

Заместитель

Руководителя Федерального
агентства по техническому
регулированию и метрологии

А.В. Кулешов

М.п.

« ____ » _____ 2018 г.